

PATENT  
8015-1022

**IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re application of: Yasutomo GOTO  
Appl. No.: **NEW NON-PROVISIONAL**  
Filed: September 9, 2003  
Title: METHOD OF RATING BRITTTLENESSOF COATING  
SUBSTANCE AND DEVICE FOR IMPLEMENTING  
THE BRITTTLENESS RATING METHOD

Conf.:

Group:

Examiner:

CLAIM TO PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

September 9, 2003

Sir:

Applicant(s) herewith claim(s) the benefit of the  
priority filing date of the following application(s) for the  
above-entitled U.S. application under the provisions of 35  
U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55:

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2002-265199	September 11, 2002

Certified copy(ies) of the above-noted application(s)  
is(are) attached hereto.

Respectfully submitted,

YOUNG & THOMPSON

  
\_\_\_\_\_  
Benoit Castel, Reg. No. 35,041

745 South 23<sup>rd</sup> Street  
Arlington, VA 22202  
Telephone (703) 521-2297

BC/ma

Attachment(s): 1 Certified Copy(ies)

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2002年 9月11日

出願番号

Application Number:

特願2002-265199

[ST.10/C]:

[JP2002-265199]

出願人

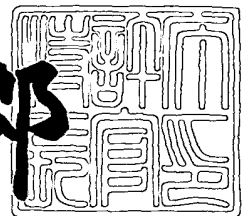
Applicant(s):

富士写真フイルム株式会社

2003年 3月14日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

太田信一郎



出証番号 出証特2003-3017027

【書類名】 特許願

【整理番号】 Y1I0960

【提出日】 平成14年 9月11日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G03G 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 静岡県富士宮市大中里 2 0 0 番地 富士写真フイルム株式会社内

【氏名】 後藤 靖友

【特許出願人】

【識別番号】 000005201

【氏名又は名称】 富士写真フイルム株式会社

【代理人】

【識別番号】 100059959

【弁理士】

【氏名又は名称】 中村 稔

【選任した代理人】

【識別番号】 100067013

【弁理士】

【氏名又は名称】 大塚 文昭

【選任した代理人】

【識別番号】 100082005

【弁理士】

【氏名又は名称】 熊倉 禎男

【選任した代理人】

【識別番号】 100065189

【弁理士】

【氏名又は名称】 宍戸 嘉一

【選任した代理人】

【識別番号】 100096194

【弁理士】

【氏名又は名称】 竹内 英人

【選任した代理人】

【識別番号】 100074228

【弁理士】

【氏名又は名称】 今城 俊夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100084009

【弁理士】

【氏名又は名称】 小川 信夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100082821

【弁理士】

【氏名又は名称】 村社 厚夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100086771

【弁理士】

【氏名又は名称】 西島 孝喜

【選任した代理人】

【識別番号】 100084663

【弁理士】

【氏名又は名称】 箱田 篤

【選任した代理人】

【識別番号】 100088694

【弁理士】

【氏名又は名称】 弟子丸 健

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008604

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 塗工物の脆性評価方法及び装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 支持体に塗工物を積層して試料膜とし、この試料膜に変形を加える変形工程と、

この試料膜が変形されることにより塗工物が発するアコースティックエミッションを検出する検出工程と、

上記アコースティックエミッションの検出結果に基づいて、上記塗工物の脆性を評価する評価工程と、

を含むことを特徴とする塗工物の脆性評価方法。

【請求項 2】 上記変形工程は、上記試料膜を互いに離間した位置でそれぞれ支持する二つの下部エッジと、上記下部エッジ間の中央で上記試料膜を押し込む上部エッジとを有する、圧縮型抗折治具を使用する、ことを特徴とする請求項 1 記載の塗工物の脆性評価方法。

【請求項 3】 上記上部エッジは、試料膜を一定速度で押し込むように構成されている、ことを特徴とする請求項 2 記載の塗工物の脆性評価方法。

【請求項 4】 上記検出工程は、上記試料膜に取り付けられたアコースティックエミッション検出手段を使用する、ことを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載の塗工物の脆性評価方法。

【請求項 5】 前記評価工程は、上記下部エッジ間隔を 5 0 m m として、上記試料膜を上記上部エッジで押し込んだ場合において、上記アコースティックエミッションを最初に検出したときの上記上部エッジの押し込み量が、2 m m 以上であるか否かを基準として、上記塗工物の脆性を評価する、

ことを特徴とする請求項 1 乃至 4 の何れか一項に記載の塗工物の脆性評価方法。

【請求項 6】 支持体に塗工物を積層した試料膜に変形を加える変形手段と、

上記試料膜に取り付けられ、上記試料膜が変形されることにより塗工物が発するアコースティックエミッションを検出するアコースティックエミッション検出

手段と、

上記アコースティックエミッションの検出結果に基づいて上記塗工物の脆性を評価する評価手段と、

を有することを特徴とする塗工物の脆性評価装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、塗工物の脆性評価方法及び装置に関し、特に、アコースティックエミッションの検出結果を利用する塗工物の脆性評価方法、及びその実施に使用する塗工物の脆性評価装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、種々の膜の強度や脆性の評価方法として、様々な方法が用いられている。このような評価方法としては、例えば、金属や熱硬化性プラスチック試験方法に用いられる J I S K - 6 9 1 1 の破壊靱性試験方法が挙げられる。この試験方法のうち、シャルピー衝撃試験法、アイソゾット衝撃試験法及び3点曲げ試験法においては、厚さ 2 m m 以上の試料を作成し、予め亀裂を入れておく必要がある。

【0003】

また、例えば、J I S K - 5 4 0 0 の脆性評価方法も挙げられる。この方法により、耐屈曲性、エリクソン値、耐衝撃性を評価することができる。この方法においては、10 m m ずつ直径が異なる直径 1 0 ~ 5 0 m m のコアに、それぞれ試料膜を順次に巻き付け、試料膜に亀裂が入った直径を目視観察により決定する。

【0004】

さらに、スガ試験機製の折曲げ試験機においては、曲率の連続的に変化する曲面に試料膜を添わせることによって、試料膜に亀裂が入った曲率を目視観察により決定する（例えば、非特許文献 1 参照。）。

【0005】

【非特許文献1】

田中丈之著「コーティング膜の物性と評価方法」株式会社理工出版、1993年、p. 242

【0006】

【発明の解決しようとする課題】

しかしながら、上記のJIS K-6911による試験方法においては、力を加えて、曲げ強さや曲げ弾性率を測定する場合、試料が薄く脆いと、試料が破壊した時点での力の変化を十分な感度で検出することが困難である。そのうえ、例えば厚さが0.1mm以下の薄い脆い試料の場合には、試料に亀裂を入れるだけで試料が割れてしまう。このため、この試験方法では、電子写真用受像材料の塗工物のような、単独膜を取り出すことが困難な脆い試料や、薄い試料の脆性を測定することは困難である。

【0007】

また、上記のJIS K-5400による評価方法においては、目視観察によるため、亀裂や剥離の発生する瞬間を正確に決定することが困難である。このため、この方法では、高い定量精度を得ることは困難である。

【0008】

そこで、本発明は、単独膜として取り出すことが困難なほど脆い試料であっても、脆性評価を高精度で行うことが可能な評価方法を提供することを目的としている。

【0009】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するため、本発明の塗工物の脆性評価方法は、支持体に塗工物を積層して試料膜とし、この試料膜に変形を加える変形工程と、この試料膜が変形をされることにより塗工物が発するアコースティックエミッションを検出する検出工程と、アコースティックエミッションの検出結果に基づいて塗工物の脆性を評価する評価工程と、を含むことを特徴とする。



## 【 0 0 1 0 】

このように構成された本発明の塗工物の脆性評価方法によれば、塗工物に予め亀裂を入れておく必要がなく、また、塗工物を支持体に積層した状態で、試料膜に変形を加えるので、単独膜として取り出すことが困難なほど脆い試料であっても脆性評価を行うことができる。さらに、本発明によれば、アコースティックエミッション検出手段によって、アコースティックエミッション、即ち、変形により塗工物が発する弾性波を検出するので、目視観察による場合に比べて、脆性評価を高精度で行うことができる。

## 【 0 0 1 1 】

このように、本発明によれば、積層状態の塗工物を変形する工程と、アコースティックエミッションを検出する工程とを組み合わせることによって、単独膜として取り出すことが困難なほど脆い試料であっても、脆性評価を高精度で行うことができる。

## 【 0 0 1 2 】

また、本発明において、好ましくは、変形工程は、試料膜を互いに離間した位置でそれぞれ支持する二つの下部エッジと、下部エッジ間の中央で試料膜を押し込む上部エッジとを有する圧縮型抗折治具を使用する。このように、変形手段として圧縮型抗折治具を使用すれば、試料膜に所望の変形を容易に加えることができる。

## 【 0 0 1 3 】

また、本発明において、好ましくは、上部エッジは、試料膜を一定速度で押し込むように構成されている。これにより、上部エッジの押し込み量を、時間で容易に表すことができる。その結果、試料膜に加えられた変形量を、時間と対応づけて容易に定量化することができる。

## 【 0 0 1 4 】

また、本発明において、好ましくは、上記検出工程は、試料膜に取り付けられたアコースティックエミッション検出手段を使用する。これにより、試料膜が変形されることにより塗工物が発するアコースティックエミッションを容易に検出することができる。

【 0 0 1 5 】

また、本発明において、好ましくは、下部エッジ間隔を 5 0 m m として、試料膜を上部エッジで押し込んだ場合において、アコースティックエミッションを最初に検出したときの上部エッジの押し込み量が、 2 m m 以上であるか否かを基準として、塗工物の脆性を評価する。

これにより、この評価基準を満たす塗工物を選択するようにすれば、曲げ試験等を行わなくとも、信頼性の高い高品質の試料膜を提供することが可能となる。

【 0 0 1 6 】

また、本発明の塗工物の脆性評価装置によれば、支持体に塗工物を積層した試料膜に変形を加える変形手段と、試料膜に取り付けられ、その試料膜が変形されることにより塗工物が発するアコースティックエミッションを検出するアコースティックエミッション検出手段と、アコースティックエミッションの検出結果に基づいて塗工物の脆性を評価する評価手段とを有する。

【 0 0 1 7 】

このように、本発明の塗工物の脆性評価装置を用いれば、積層状態の塗工物を変形する変形手段と、アコースティックエミッション検出手段とを組み合わせることによって、単独膜として取り出すことが困難なほど脆い試料であっても、脆性評価を高精度で行うことができる。

【 0 0 1 8 】

【発明の実施の形態】

まず、図 1 を参照して、本発明の実施形態について概説する。図 1 は、本実施形態における塗工物の脆性評価装置の概略図である。

【 0 0 1 9 】

まず、本実施形態では、この材料等を、支持体 1 1 に塗工物 1 2 として積層したものを試料膜 1 とする。これにより、電子写真用受像材料等の、単独膜としては取り出すことが困難な薄膜の脆性評価を高精度で行うことができる。

【 0 0 2 0 】

支持体 1 1 としては、例えば、ポリエチレンテレフタレート（P E T）フィルムや、ポリオレフィン樹脂をラミネートした紙を用いるのがよい。なお、支持体

1 1 は、評価対象の塗工物 1 2 よりも高強度であることが望ましい。

また、塗工物 1 2 としては、電子写真用受像材料の他、種々の任意好適な材料を評価対象にすることができる。

そして、支持体 1 1 上に塗工物 1 2 を積層するにあたっては、塗工物の種類や評価の目的に応じて、ワイヤーコータによる塗布等の任意好適な方法で、適当な厚さに積層するのがよい。

#### 【 0 0 2 1 】

次に、試料膜 1 に、アコースティックエミッション検出手段 3 を取り付ける。このアコースティックエミッション検出手段 3 としては、市販の所謂 A E センサ等の任意好適な機器を使用することができる。本実施形態では、アコースティックエミッション検出手段 3 として、A E センサ 3 を、試料膜 1 の支持体 1 1 側に接触させて取り付ける。

#### 【 0 0 2 2 】

なお、A E センサ 3 は、試料膜 1 の塗工物 1 2 側に接触させて取り付けてもよく、また、試料膜 1 の任意好適な位置に取り付けることができるが、A E センサ 3 の感度が高くなる位置が好ましい。また、A E センサ 3 は、支持体 1 1 に、グリセリン等のカプラントを介して接触させるのがよい。

#### 【 0 0 2 3 】

次いで、変形手段によって、試料膜 1 に変形を加える。変形手段としては、好ましくは、圧縮型抗折治具を使用するのがよい。図 1 では、圧縮型抗折治具を、二つの下部エッジ 2 1 と上部エッジ 2 2 として、模式的に示している。

図 1 では、下部エッジ 2 1 及び上部エッジ 2 2 を楔形の形状で示しているが、これらエッジの形状、特に、エッジの先端形状は、評価目的や評価対象に応じて、任意好適なものとすることができる。

#### 【 0 0 2 4 】

なお、下部エッジ 2 1 どうしの間隔は、A E センサ 3 の検出感度や、評価目的に応じて、任意好適な距離とするのがよい。また、図 1 では、試料膜 1 の塗工物 1 2 側が湾曲の外側となるようにして、試料膜 1 を変形させた例を示しているが、試料膜 1 の支持体 1 1 側が湾曲の外側となるようにして、試料膜 1 を変形させ

てもよい。

#### 【 0 0 2 5 】

そして、試料膜を変形することにより塗工物が発するアコースティックエミッションを、A E センサ 3 によって検出する。

アコースティックエミッションの検出にあたっては、好ましくは、試料膜 1 内や試料膜 1 の表面を伝搬してくる振動波形を、A E センサ 3 によって電気信号に変換した後、そのままでは微弱な電気信号を、プリアンプ（図示せず）によって増幅する。次いで、増幅された電気信号に含まれる、A E 波形以外のノイズを、バンドパスフィルタ（図示せず）によって除去する。そして、ノイズ除去後の電気信号のうち、設定した閾値以上の信号を、ディスクリミネータ（図示せず）によって選択することにより、アコースティックエミッションを検出するようにするのがよい。

なお、増幅の程度、バンドパスフィルタのレンジ、及び、ディスクリミネータの閾値レベル等は、評価の目的や、評価対象に応じて、任意好適なものを採用するとよい。

#### 【 0 0 2 6 】

このようにして検出された結果に基づいて塗工物の脆性を評価する。

脆性の評価にあたっては、例えば、アコースティックエミッションを検出したときの圧縮応力、圧縮歪み、応力-歪み曲線、圧力による破壊エネルギー、曲率半径、又は、これらの数値から更に求められる種々の数値により定量化することが可能である。そして、塗工物の種類や、脆性評価の目的に応じて、任意好適な方法で塗工物の脆性を評価することが望ましい。

#### 【 0 0 2 7 】

また、評価手段としては、アコースティックエミッション検出結果に基づいて、人間が判断してもよいが、コンピュータを使用してもよい。コンピュータを使用する場合には、例えば、アコースティックエミッションを検出したときの圧縮応力等や、それらの数値から更に種々の数値を算出するプログラムを設定しておくのがよい。さらに、コンピュータに予め基準値を定めておいて、アコースティックエミッション検出結果や、算出した数値に基づいて、試料膜の信頼性等を評

価させてもよい。

【 0 0 2 8 】

【実施例】

以下、本発明について、図 2 を参照して、実施例により更に詳細に説明するが、図 2 は、実施例における塗工物の脆性評価装置を説明図である。なお、これらの実施例は、本発明の範囲を何ら限定するものではない。

【 0 0 2 9 】

以下に説明する各実施例では、試料膜 1 の寸法を、幅 2 5 m m、長さ 1 5 0 m m として、評価を行った。また、試料膜 1 の塗工物 1 2 は、支持体 1 1 にワイヤーコートによって塗布し、乾燥させることにより、乾燥後の塗布重量が 1 5 g / m<sup>2</sup> の均一膜厚の薄膜になるように積層した。

【 0 0 3 0 】

また、変形手段として、図 2 に示すように、J I S K - 6 9 1 1 適用規格の、オリエンテック社製のテンシロン用圧縮型抗折治具を使用した。また、この圧縮型抗折治具の下部エッジ 2 1 a 間の幅 W を 5 0 m m とした。そして、試料膜 1 を、塗工物 1 2 側を下向き、即ち、下部エッジ 2 1 a 側にして、この治具に固定した。

また、試料膜 1 の片端の支持体 1 1 側に、A E センサ 3 を、グリセンペースト等のカプラントを介して接触させて、マイラーテープ（図示せず）によって固定した。

【 0 0 3 1 】

次いで、試料膜 1 の中央部に、上部エッジ 2 2 a を 1 m m / 分の速度で、最大 3 m m まで徐々に押し込ませながら、塗工物 1 2 の発するアコースティックエミッションを 2 0 0 秒間に亘って検出した。A E センサ 3 が検出した信号を解析する A E 解析装置には、エヌネフ回路設計ブロック社製のブロック製 9 5 0 2 U - P L O T を使用した。そして、ディスクリレベルを 5 2 d B として、A E 信号を選択した。さらに、このようにして処理された信号を、G P - I B を介して、ヒューレットパッカード社製の 7 5 5 0 A グラフィックプロッタへ直接出力した。

## 【 0 0 3 2 】

## (実施例 1)

実施例 1 では、支持体 1 1 として、厚さ 1 0 0  $\mu$  m のポリエチレンテレフタレート (P E T) を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布して、塗工物 1 2 を積層した。

水分散ポリエステル樹脂 (K Z A - 1 4 4 9、ユニチカ製) 1 0 0 g

水 3 0 g

## 【 0 0 3 3 】

ここで、図 3 のグラフに、実施例 1 におけるアコースティックエミッションの検出結果を示す。図 3 のグラフの横軸は時間 (秒) を表し、縦軸は A E センサ 3 によって検出されたアコースティックエミッションのカウント値 (カウント数) を示す。

なお、上部エッジ 2 2 a は、一定速度で試料膜 1 に押し込まれるので、グラフの横軸に示す時間は、上部エッジ 2 2 a の押し込み量、即ち、試料膜 1 の歪み量に対応する。また、ここでは、上部エッジ 2 2 a の押し込み量が 0 m m のとき、即ち、上部エッジ 2 2 a が試料膜 1 に接し、かつ、試料膜 1 に応力を印加していない状態を、時間の始点とする。

## 【 0 0 3 4 】

そして、最初にアコースティックエミッションがカウントされたときの時間に対応する試料の歪み量を用いれば、試料膜 1 の脆性を定量的に評価することができる。例えば、図 3 のグラフでは、5 0 秒台に、最初のカウントの棒が現れているので、この時間を基準にして、塗工物の脆性を評価してもよい。

また、場合によっては、カウント数が一定値を最初に越えたときの時間を用いて、評価することもできる。例えば、図 3 のグラフでは、9 0 秒台に、「3 0」を越えるカウント値が初めて現れているので、この時間を基準にして、塗工物の脆性を評価するようにしてもよい。

## 【 0 0 3 5 】

## (実施例 2)

次に、実施例 2 では、支持体 1 1 として、厚さ 1 0 0  $\mu$  m の、ポリオレフィン

樹脂をラミネートした紙を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布して塗工物 1 2 を積層した。

ポリエステル樹脂（タフトン U-5、花王製） 4 0 0 g

メチルエチルケトン 8 0 0 g

#### 【0 0 3 6】

ここで、図 4 のグラフに、実施例 2 におけるアコースティックエミッションの検出結果を示す。図 4 のグラフの横軸は時間（秒）を表し、縦軸は検出されたアコースティックエミッションのカウント数を示す。

#### 【0 0 3 7】

そして、例えば、図 4 のグラフでは、1 1 0 秒台に、最初のカウントが現れているので、この時間を基準にして、塗工物の脆性を評価してもよい。また、例えば、1 6 0 秒台に、「2」に達するカウント値が初めて現れているので、この時間を基準にして、塗工物の脆性を評価するようにしてもよい。

#### 【0 0 3 8】

##### （実施例 3）

実施例 3 では、支持体 1 1 として、厚さ 1 0 0  $\mu$ m の、ポリオレフィン樹脂をラミネートした紙を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布して塗工物 1 2 を積層した。

ポリエステル樹脂 4 0 0 g

メチルエチルケトン 8 0 0 g

ただし、本実施例で使用したポリエステル樹脂は、テレフタル酸とエチレンオキサイド変性ビスフェノール A の重合体であり、数平均分子量 5 0 0 0、ガラス転移温度  $T_g = 65^\circ\text{C}$  の特性を有する。

#### 【0 0 3 9】

ここで、図 5 のグラフに、実施例 2 におけるアコースティックエミッションの検出結果を示す。図 4 のグラフの横軸は時間（秒）を表し、縦軸は検出されたアコースティックエミッションのカウント数を示す。図 5 のグラフでは、8 0 秒台に、最初のカウントが現れているので、この時間を基準にして、塗工物の脆性を評価してもよい。

## 【 0 0 4 0 】

さらに、下記の実施例 4 ～ 9 について、上記の実施例 1 ～ 3 と同条件で、脆性を評価するとともに、曲げテスト及び自然で 2 週間放置後のひび割れの発生の有無によって、脆性を評価した。なお、曲げテストにおいては、直径 5 0 m m のコア（図示せず）に試料膜を巻き付けて即座にほぐした後、ひび割れの有無を目視により評価した。評価結果を下記の表 1 に示す。

## 【 0 0 4 1 】

## （実施例 4）

実施例 4 では、支持体 1 1 として、厚さ 1 0 0  $\mu$  m の、ポリオレフィン樹脂をラミネートした紙を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布して塗工物 1 2 を積層した。

ポリエステル樹脂（タフトン U - 5、花王製） 4 0 0 g

二酸化チタン 6 0 g

T P P（タイパーク（登録商標） A - 2 2 0、石原産業製） 3 4 . 8 g

メチルエチルケトン（第八化学製） 8 0 0 g

なお、T P P は、可塑剤として使用されるトリフェニルフォスフェートである。

## 【 0 0 4 2 】

## （実施例 5）

実施例 5 では、支持体 1 1 として、厚さ 1 0 0  $\mu$  m の、ポリオレフィン樹脂をラミネートした紙を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布して塗工物 1 2 を積層した。

ポリエステル樹脂（バイロン 2 0 0、東洋紡） 4 0 0 g

二酸化チタン（タイパーク（登録商標） A - 2 2 0、石原産業） 6 0 g

メチルエチルケトン 8 0 0 g

## 【 0 0 4 3 】

## （実施例 6）

実施例 6 では、支持体 1 1 として、厚さ 1 0 0  $\mu$  m の、ポリオレフィン樹脂をラミネートした紙を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布し



て塗工物 1 2 を積層した。

ポリエステル樹脂 (K Z A - 1 4 4 9、ユニチカ製) 4 0 0 g  
 二酸化チタン (タイペーク (登録商標) A - 2 2 0、石原産業) 6 0 g  
 メチルエチルケトン 8 0 0 g

【 0 0 4 4 】

(実施例 7)

実施例 7 では、支持体 1 1 として、厚さ 1 0 0  $\mu$  m の、ポリオレフィン樹脂をラミネートした紙を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布して塗工物 1 2 を積層した。

ポリエステル樹脂 (タフトン U - 5、花王製) 4 0 0 g  
 二酸化チタン (タイペーク (登録商標) A - 2 2 0、石原産業) 6 0 g  
 メチルエチルケトン 8 0 0 g

【 0 0 4 5 】

(実施例 8)

実施例 8 では、支持体 1 1 として、厚さ 1 0 0  $\mu$  m の、ポリオレフィン樹脂をラミネートした紙を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布して塗工物 1 2 を積層した。

ポリエステル樹脂 4 0 0 g  
 二酸化チタン (タイペーク (登録商標) A - 2 2 0、石原産業) 6 0 g  
 メチルエチルケトン 8 0 0 g

ただし、本実施例で使用したポリエステル樹脂は、テレフタル酸とエチレンオキサイド変性ビスフェノール A の重合体であり、数平均分子量 5 0 0 0、ガラス転移温度  $T_g = 65^\circ\text{C}$  の特性を有する。

【 0 0 4 6 】

(実施例 9)

実施例 6 では、支持体 1 1 として、ポリオレフィン樹脂をラミネートした紙を使用した。そして、下記組成の組成物を支持体 1 1 に塗布して塗工物 1 2 を積層した。

ポリエステル樹脂 (タフトン U - 5、花王製) 4 0 0 g

二酸化チタン（タイパーク（登録商標） A-220、石原産業） 60 g

TPP（第八化学製） 23.3 g

メチルエチルケトン 800 g

【0047】

下記の表1に、上記実施例1～9のうち実施例4～8について、アコースティックエミッションの検出結果と、曲げ等によるひび割れの発生の有無とを対応させた評価結果を示す。

なお、表1に示すAE信号検知歪みの値は、最初にアコースティックエミッションの検出されたときの、上部エッジ22aの押し込み量を表す。また、実施例5におけるAE信号検知歪みの値が「3.0以上」とあるのは、上部エッジ22aを作動限界の3.0mmまで試料膜1に押し込んでも、アコースティックエミッションが検出されなかったことを表す。

【0048】

また、実施例4～6及び実施例9について、破断のび（％）の試験結果を合わせて示す。なお、実施例7及び8については、塗工物が脆すぎるため、測定試料用の単独膜を取り出すことができなかった。

また、表1では、自然放置によるひび割れ及び曲げによるひび割れの発生の有無による評価結果を、ひび割れが生じた場合に「×」印で示し、ひび割れが生じなかった場合に「○」印で示す。

【 0 0 4 9 】

【表 1】

	AE信号検知歪み (mm)	自然放置によ るひび割れ	曲げによる ひび割れ	破断のび (%)
実施例 4	2. 0 5	○	○	0. 2 7
実施例 5	3. 0 0 以上	○	○	1 6 8. 8
実施例 6	2. 1 7	○	○	1 2. 3
実施例 7	1. 9 5	×	×	—
実施例 8	1. 9 5	×	×	—
実施例 9	—	×	×	0. 2 1

【 0 0 5 0 】

上記の表 1 に示すように、A E 信号検知歪みの値が、少なくとも 2. 0 5 mm 以上の場合には、自然放置や曲げによるひび割れが発生していないことが分かった。

したがって、少なくとも、厚さ 1 0 0  $\mu$  m の支持体 1 1 と、この支持体 1 1 上に、乾燥後の塗布重量が 1 5 g / m<sup>2</sup> となるように塗布された電子写真用受像材料を含む塗工物とにより構成された試料膜 1 について、A E 信号検知歪みの値が 2 mm 以上か否かを脆性の評価基準とし、この評価基準を超える試料膜 1 を選択すれば、ひび割れの発生のおそれの低い製品を得ることができる。すなわち、この評価基準を満たす電子写真用受像材料を選択するようにすれば、曲げ試験等を行わなくとも、信頼性の高い高品質の電子写真用受像シートを提供することが可能となる。

【 0 0 5 1 】

また、上記の表 1 から、ひび割れが発生しない場合には、破断のびの値も比較的高いことが分かる。即ち、A E 信号検知歪みの値が 2. 0 5 mm の以上場合には、ひび割れが発生せず、破断のびも 0. 2 7 % 以上となっている。したがって、A E 信号検知歪みの値とともに、破断のびが、0. 2 7 % 以上か否かを評価基

準として、電子写真用受像材料を選択すれば、更に信頼性の高い製品を提供することが可能となる。

【 0 0 5 2 】

上述した実施形態及び実施例においては、本発明を特定の条件で構成した例について説明したが、本発明は種々の変更及び組み合わせを行うことができ、これに限定されるものではない。

【 0 0 5 3 】

【発明の効果】

以上、詳細に説明したように、本発明によれば、単独膜として取り出すことが困難なほど脆い試料であっても、高精度で脆性評価をすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の実施形態における塗工物の脆性評価装置の説明図である。

【図 2】

本発明の実施例における塗工物の脆性評価装置の説明図である。

【図 3】

実施例 1 において、試料膜に変形を加えたときの、アコースティックエミッションの検出結果を示すグラフである。

【図 4】

実施例 2 において、試料膜に変形を加えたときの、アコースティックエミッションの検出結果を示すグラフである。

【図 5】

実施例 3 において、試料膜に変形を加えたときの、アコースティックエミッションの検出結果を示すグラフである。

【符号の説明】

- 1 試料膜
- 2 圧縮型抗折治具
- 3 AE センサ
- 1 1 支持体

1 2 塗工物

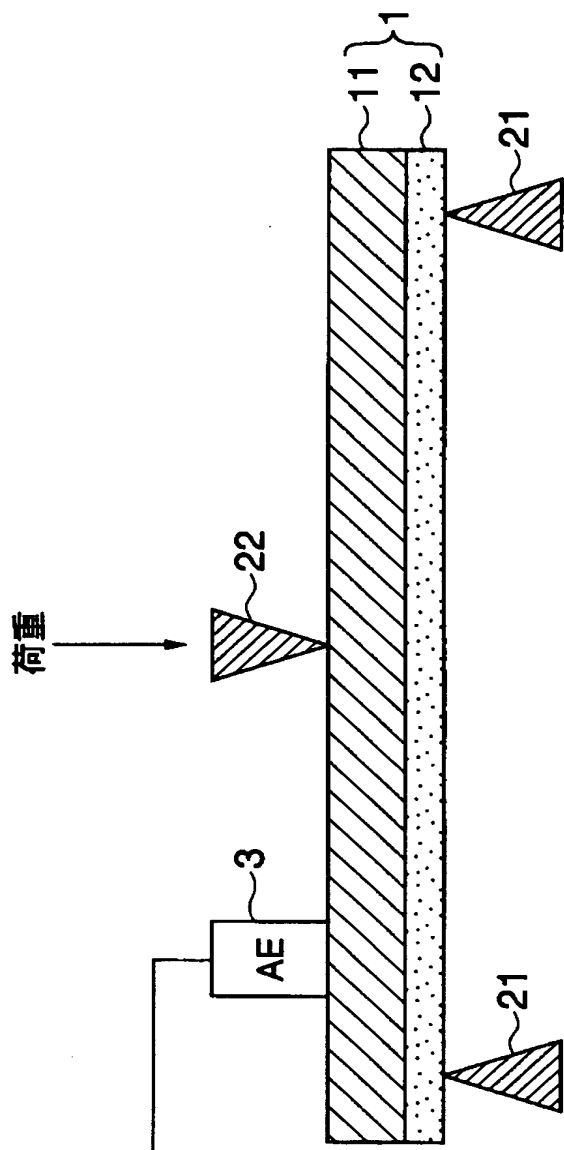
2 1、2 1 a 下部エッジ

2 2、2 2 a 上部エッジ

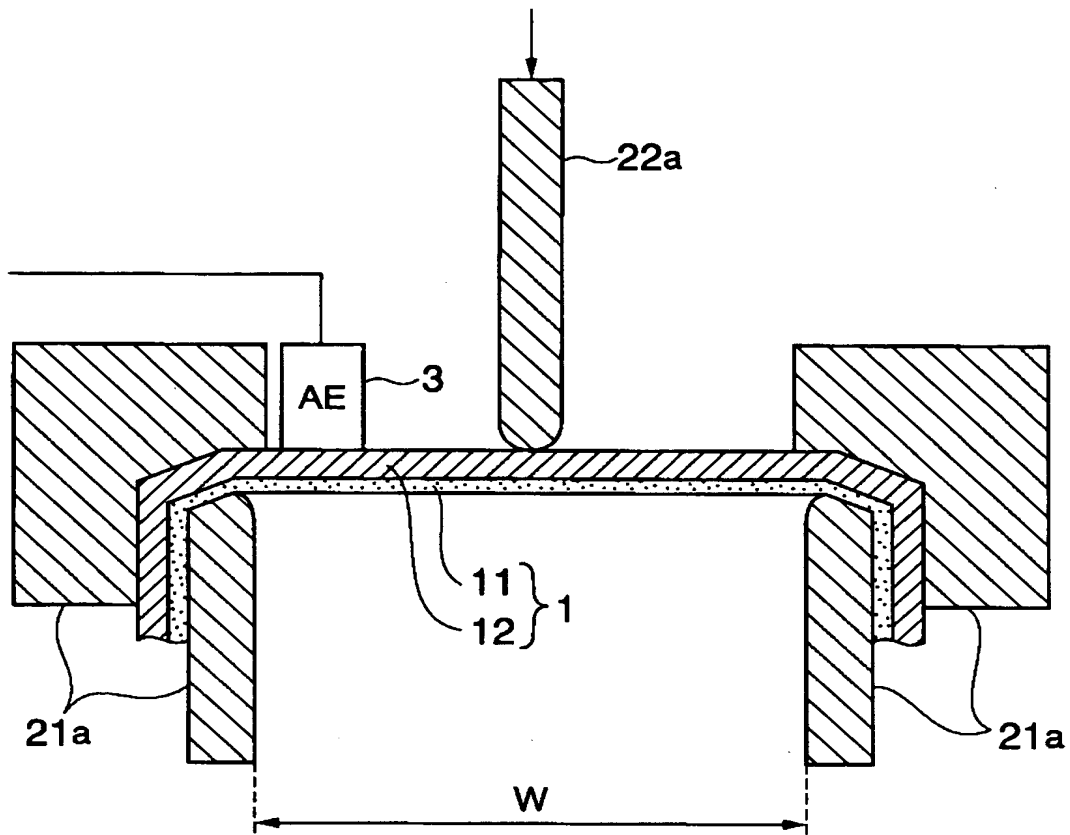
【書類名】

図面

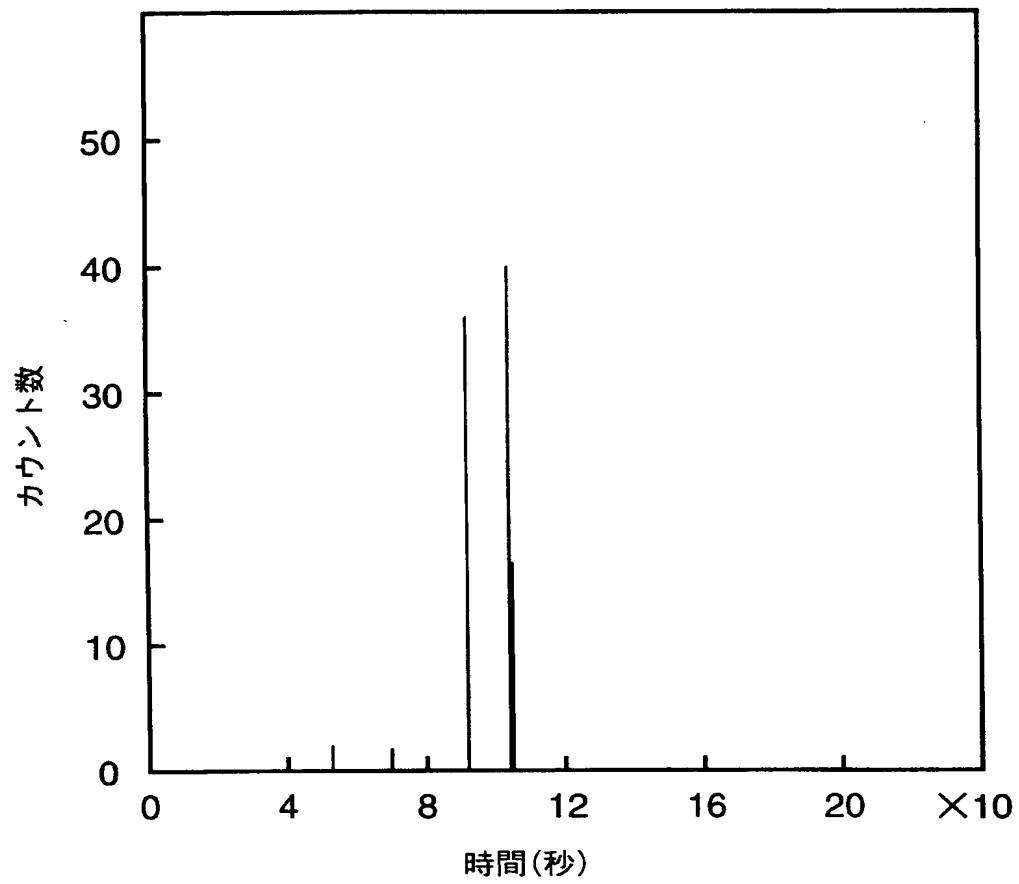
【図 1】



【図 2】

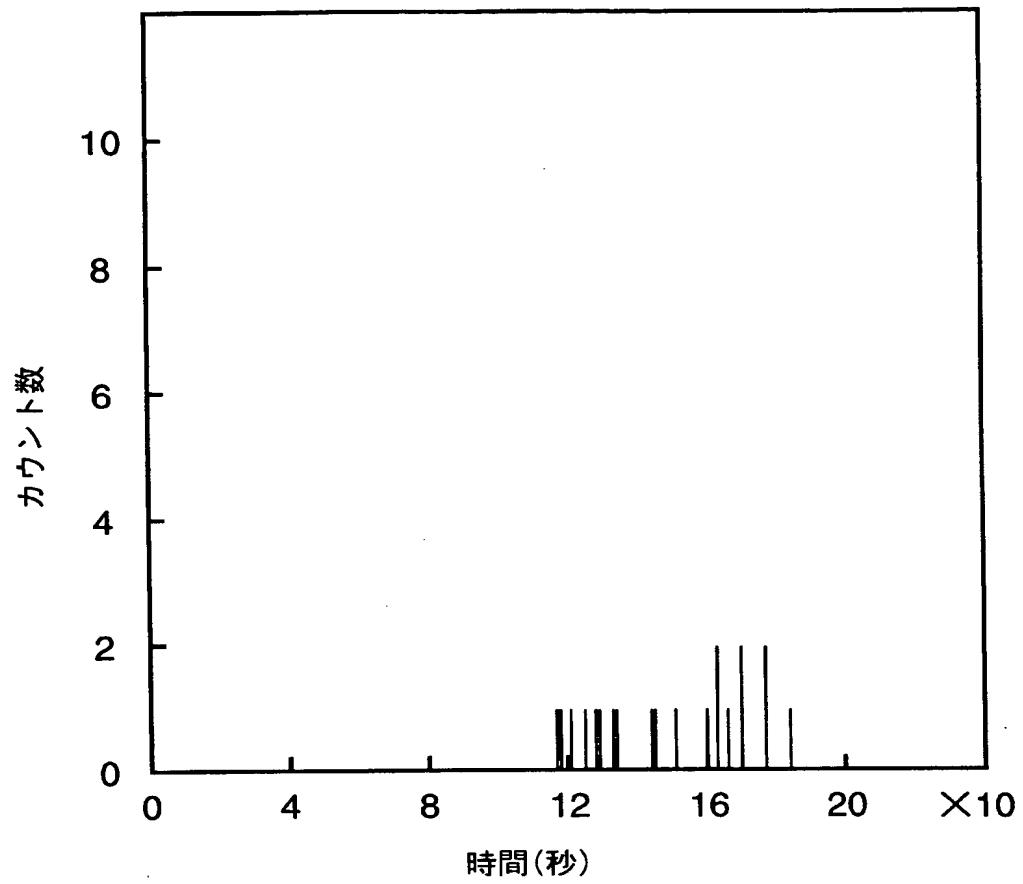


【図 3】

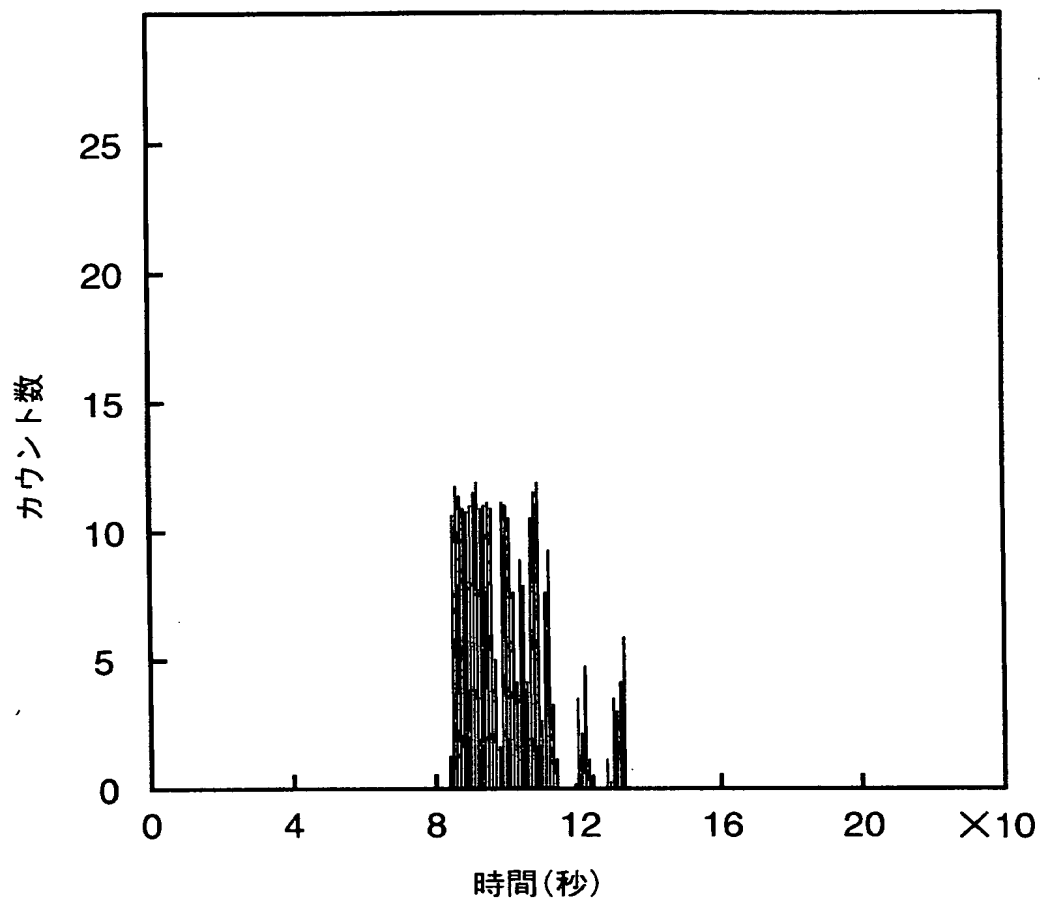




【図 4】



【図 5】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 単独膜として取り出すことが困難なほど脆い試料であっても、脆性評価を高精度で行うことが可能な評価方法及び装置を提供する。

【解決手段】 支持体 1 1 に電子写真用受像材料の塗工物 1 2 を積層した試料膜 1 に、アコースティックエミッション（A E）センサ 3 を取り付け、圧縮型抗折治具によって、試料膜 1 に変形を加え、試料膜 1 が変形されることにより塗工物 1 2 が発するアコースティックエミッションを、A E センサ 3 によって検出し、アコースティックエミッションの検出結果に基づいて塗工物の脆性を評価する。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000005201]

1. 変更年月日	1990年 8月14日
[変更理由]	新規登録
住 所	神奈川県南足柄市中沼210番地
氏 名	富士写真フイルム株式会社